



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

<b>(51) Classification internationale des brevets<sup>5</sup> :</b>  A01N 3/00		<b>A1</b>	<b>(11) Numéro de publication internationale:</b> WO 91/03160  <b>(43) Date de publication internationale:</b> 21 mars 1991 (21.03.91)
<p><b>(21) Numéro de la demande internationale:</b> PCT/BE90/00051</p> <p><b>(22) Date de dépôt international:</b> 6 septembre 1990 (06.09.90)</p> <p><b>(30) Données relatives à la priorité:</b> 89/12201                    11 septembre 1989 (11.09.89) FR</p> <p><b>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US):</b> SARL COMPAGNIE DU NORD [FR/FR]; Rue d'Esquelbecq, F-59470 Wormhout (FR).</p> <p><b>(72) Inventeur; et</b>  <b>(75) Inventeur/Déposant (US seulement):</b> DE WINTER-SCAILTEUR, Nadine [BE/BE]; Antoon Dewinterstraat 24, B-1160 Brussel (BE).</p> <p><b>(74) Mandataire:</b> DOPCHIE, Jean-Marc; Kortrijks Octrooi-en Merkenbureau bvba, Kennedypark 21c, B-8500 Kortrijk (BE).</p>		<p><b>(81) Etats désignés:</b> AT (brevet européen), BE (brevet européen), CA, CH (brevet européen), DE (brevet européen)*, DK (brevet européen), ES (brevet européen), FR (brevet européen), GB (brevet européen), IT (brevet européen), JP, LU (brevet européen), NL (brevet européen), SE (brevet européen), US.</p> <p><b>Publiée</b>  <i>Avec rapport de recherche internationale.  Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont requises.</i></p>	
<p><b>(54) Title:</b> LONG-LIFE CUT FLOWERS AND METHOD OF TREATMENT FOR OBTAINING SAME</p> <p><b>(54) Titre:</b> FLEURS COUPEES DE LONGUE DUREE ET PROCEDE DE TRAITEMENT POUR L'OBTENTION DE TELLES FLEURS</p> <p><b>(57) Abstract</b></p> <p>Long-life cut flowers characterized in that their tissue water is replaced with a substance, particularly polyethylene glycol (PEG), which is unsuited to the metabolism of saprophytic agents, and method of treating cut flowers to obtain these long-life flowers.</p> <p><b>(57) Abrégé</b></p> <p>Fleurs coupées de longue durée caractérisées en ce que l'eau tissulaire est remplacée par une substance impropre au métabolisme des agents saprophytes, en particulier par du polyéthylène glycol (PEG), et traitement de fleurs coupées pour obtenir ces fleurs de longue durée.</p>			

\* Voir au verso

⑩ 日本国特許庁 (JP)  
⑪ 特許出願公表  
⑫ 公表特許公報 (A)

平4-505766

⑬ 公表 平成4年(1992)10月8日

⑭ Int. Cl.  
A 01 N 3/00

識別記号  
厅内整理番号  
6742-4H

審査請求未請求  
予備審査請求未請求  
部門(区分) 3(2)

(全5頁)

⑮ 発明の名称 長寿命切り花およびその製造方法

⑯ 特 願 平2-511958  
⑰ 出 願 平2(1990)9月6日

⑮ 説明文提出日 平3(1991)5月13日

⑯ 国際出願 PCT/B/E90/00051

⑰ 国際公開番号 WO91/03160

⑱ 国際公開日 平3(1991)3月21日

⑲ 優先権主張 ⑯ 1989年9月11日 ⑮ フランス(FR) ⑯ 89/12201

⑲ 発明者 デ・ビンテルースカイルテウス、ナディーネ  
ベルギー国、ビー-1160 ブリュッセル、アントーン・デビンテル  
ストラート 24

⑲ 出願人 ソシエテ・アノニム・ア・レス  
フランス国、エフ-59470 ウオルムオウ、リュ・デスケルベック  
ボンサビリテ・リミテ・コンパニー・ド・ノール  
(番地なし)

⑲ 代理人 弁理士 鈴江 武彦 外3名

⑲ 指定国 A T(広域特許), B E(広域特許), C A, C H(広域特許), D E(広域特許), D K(広域特許), E S(広域特許), F R(広域特許), G B(広域特許), I T(広域特許), J P, L U(広域特許), N L(広域特許), S E(広域特許), U S

請求の範囲

1. 新鮮な花の組織水を、腐生植物主体の代謝に不適当な物質で置換させた切り花。
2. 腐生植物主体の代謝に不適当な物質が、水および或有機溶媒に可溶な低分子のポリマーからなる請求の範囲第1項記載の切り花。
3. 腐生植物主体の代謝に不適当な物質が、ポリビニルビロリドン、ポリビニルアルコール、酢酸セルロース、酢酸ベンジルまたはエチル、コロジオン、ニトロセルロースのうちから選ばれるものである請求の範囲第2項記載の切り花。
4. 腐生植物主体の代謝に不適当な物質が、 $H-(OCH_2CH_2)_n-OH$ で示されるポリエチレングリコール(PEG)からなる請求の範囲第2項記載の切り花。
5. PEGがPEG1000とPEG400との混合物からなる請求の範囲第4項記載の切り花。
6. PEGが45-70部のPEG1000と、8-15部のPEG400との混合物からなる請求の範囲第5項記載の切り花。
7. 花の組織水を、腐生植物主体の代謝に不適当である物質で置換する切り花の処理方法であって、新鮮な花を脱水する段階と、ついで浸透をおこなう段階とを具備してなることを特徴とする方法。
8. 前記脱水段階が、処理すべき花を有機溶媒からなる媒体に浸漬し、分子間に組織水の分子を吸着することによりおこなう請求の範囲第7項記載の方法。

9. 该分子篩が、3-5オングストロームの孔径、厚み2センチ以上のものである請求の範囲第8項記載の方法。

10. 该分子篩が、 $Na_{12}(AlO_2)_{12}(SiO_2)_{12} \cdot xH_2O$ として表わされるアルミニシリケートである請求の範囲第8項または9項記載の方法。

11. 請求の範囲第7項ないし10項記載の方法で処理した花、または公知の方法で処理したドライフラワーを処理する方法であって、

脱水段階のうち脱水された花、またはドライフラワーを、無水溶媒と、低分子のポリマー、例えばポリビニルビロリドン、ポリビニルアルコール、酢酸セルロース、酢酸ベンジルまたはエチル、コロジオン、ニトロセルロースまたはポリエチレングリコール(PEG)との混合物を用い、分子篩で浸透処理することを特徴とする切り花の処理方法。

12. 该分子篩が、3-5オングストロームのものである請求の範囲第11項記載の方法。

13. 该分子篩が、 $Na_{12}(AlO_2)_{12}(SiO_2) \cdot xH_2O$ として表わされるアルミニシリケートである請求の範囲第11項または12項記載の方法。

14. 该無水溶媒がセロソルブ、またはモノメチレングリコールモノメチルエーテルとアセトンとの混合物である請求の範囲第11項ないし13項のいずれかの項に記載の方法。

15. 该無水溶媒が、50/50ないし70/30の割合で混合したセロソルブ、またはモノメチレングリコールモノメチルエーテルと、アセトンとの混合物である請求の範囲第1

特表平4-505766(2)

4項に記載の方法。

16. 浸透物質がPEG1000とPEG400との混合物からなる請求の範囲第11項ないし15項のいずれかの項に記載の方法。

17. 浸透物質が、ポリマー混合物100部当たり、8-15部のPEG400と、45部のPEG1000との混合物からなる請求の範囲第16項に記載の方法。

18. 浸透物質混合物が、無水溶媒35-40%当たり、60-65%のPEGからなる請求の範囲第11項ないし17項のいずれかに記載の方法。

19. 浸透浴を、90℃前後の温度に加熱することを特徴とする請求の範囲第11項ないし18項のいずれかの項に記載の方法。

20. 浸透段階のうちに、排液および乾燥段階を経ることを特徴とする請求の範囲第7項ないし19項のいずれかの項に記載の方法。

21. 浸透された花を分子筛上に置くことを特徴とする請求の範囲第20項に記載の方法。

22. 该分子筛が、9-11オングストロームのものである請求の範囲第21項記載の方法。

23. 该分子筛が、 $Na_{86}(AlO_2)_{86}(SiO_2)_{106} \cdot xH_2O$ で表わされるアルミノシリケートである請求の範囲第21項ないし22項のいずれかに記載の方法。

24. 该浸透物質混合物に、染料を加えることを特徴とする請求の範囲第7項ないし第23項のいずれかの項に記載の方

法。

25. 過酸化水素の2-10%水溶液および0.1-0.5%の酢酸を、該浸透物質混合物に添加することを特徴とする請求の範囲第7項ないし第23項のいずれかの項に記載の方法。

26. 浸透段階のうちに、10%の過酸化水素を含むアセトンですすぎ、ついで乾燥段階に入ることを特徴とする請求の範囲第25項に記載の方法。

明細書

長寿命切り花およびその製造方法

気候、経済的理由から、天然の花では対処しがたい場合に、紙、布、プラスチックにより人工の花を用い、装飾をおこなうことが過去において何年も試みられていた。

しかし、人工の花は新鮮な天然花のいきいきした感じ、または美しさを再現することは到底不可能である。

他方、天然花は他の植物器官と同様に、代謝を止めた組織分解されることになる。腐生植物生物（バクテリア、菌など）は、この花の品質の変化および有機物質の最終的分解に関与する。

従来、天然花の品質をできるだけ長くするため、ドライフラワーにしたり、グリセリンを含む顔料浴に浸漬して、その外観を保つ試みがなされている。

木質植物の大枝、小枝を保存する目的で、これらの枝をモノエチレングリコールの浴に浸漬して乾燥を防止することがフランス特許第1,354,279にて提案されている。

さらに、米国特許第4,828,890には、保存のためグリセリンで処理して植物のボアラーグ、"porelage"（または浸出）の現象に対する抵抗を増大させる方法が記載されている。これは、特に外国種の植物、例えばヤシ科の植物に関するものであり、細胞中の水の一部を保存液で置換する方法である。この場合、グリセリン、ポリエチレ

ングリコール、プロピレングリコールなどに基づく保存液が用いられている。

しかし、これらの方法は切り花の保存に実際に採用されてはいない。

花の植物組織を構成している物質を保存させる唯一の方法は住みにくいたる生活できない媒体に分解主体を置き、分解主体の破壊作用を防止することからなる。これには、水をほぼ完全に絶つことが必要となる。

本発明は、切り花の長期保存およびそのための処理、すなわち、外観上の新鮮さによる装飾効果を長期に保持させることに関する。

本発明による長寿命切り花は、新鮮な花の組織水が全体的に、花を形、ポリウム、可塑性、色、香り等に関し、新鮮なものとの外観に極めて近い構造的状态に保存し得る不变の物質で置換するという点で、従来のものと区別される。

本発明は、さらに見掛け上の新鮮さによる装飾的特性を連続的に保持するための処理方法に関する。

本発明による天然花の処理方法は花の組織水を、腐生植物主体の代謝に不適当であり、かつ不变で一定の物理化学的特性を保持し得る物質で置換し、これにより花を形、ポリウム、可塑性、色、香り等に関し、新鮮なものとの外観に極めて近い構造的状態に保存させるという点で、従来のものと区別される。

すなわち、本発明による天然花の処理方法は、組織の完全な構造を確保し得る脱水段階、浸透段階、排水段階、乾燥段

### 特表平4-505766 (3)

離からなることを特徴とする。

さらに、本発明による天然花の処理方法は、組織水が分子篩の孔に次第に吸収され、ついで水およびポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、酢酸セルロース、酢酸ベンジルまたはエチル、コロジオン、ニトロセルロースなどの有機溶媒に可溶な低分子のポリマーで置換されることを特徴とする。

さらに、本発明による天然花の処理方法は、組織水が、一般式、 $H - (OCH_2CH_2)_n - OH$  で示されるポリエチレンゲリコール (PEG) で置換されることを特徴とする。

本発明による天然花の処理方法の第1の態様において、それ程のつぼみでもなく、それ程開いてもない新鮮な花が花のホルダーグリッドに互いに接触しないようにして、支持される。

このホルダーグリッドは栽培、生け花に用いられるような格子籠のものからなっており、これにより花を所定の、好みしくは垂直に支持することができるようになっている。処理容器には排水パイプを接続することが好みしい。

このような処理に適した花は、バラ、しゃくやく、キャメリア、マリーゴールド、きんばいそう、ラン、ダリア、カーネーション、フロックス、夏菊、たちあおい等、花弁の多い、または固い構造の種類のものである。

処理すべき花を設けた花ホルダーグリッドを、ヨーラングストロームの孔径、厚み2センチ以上の分子篩のベッドを充填した特別の容器に配置し、花弁と篩とが物理的に接触す

るようとした。この篩の厚みは、花の量、排出される水の量により変化させる。

分子篩は金属アルミニノシリケートであり、結晶構造が四面体の集合からなる。この四面体は4個の酸素原子からなり、中央のシリコン原子またはアルミニウム原子の周りの頂点を占めている。補價カチオン（ナトリウム、カリウム）が全体を電気的に中性にしている。この全体が均一な小さな寸法のセル（または孔）の集合体を形成している。この場合、より小さな寸法の分子は吸着として知られる現象によりトラップさせることができる。

この結晶構造は3オングストローム、4オングストローム、5オングストロームのゼオライトの場合、 $Na_{12}(AlO_2)_{12}(SiO_2)_{12} \cdot xH_2O$  として表すことができる。

この粒体の内部活性表面積は $600 - 700 m^2/g$  であり、それ自体の重さの20-30%の水を吸着することができる。

新鮮な天然花の脱水を確実にするため、有機溶媒混合物を花の高さより約2cm越える高さまで注ぐ。

花弁は細胞を満たす液体で機械的に支持されているが、組織水は次第に有機溶媒により置換される。水分子が次第に分子篩の小さな細胞または孔に吸着される。この小さな細胞より大きい容積の他の分子はすべて保持されない。

容器は気密に閉じられ、溶媒は小さい容器で比較的ゆるく詰められた花の場合、少なくとも1-2時間作用に供せられる。また、密に詰められた花の場合には24時間以内で作用に

供せられる。

脱水の終りにおいて、花が完全に透明、無色になったとき、花を収容したホルダーグリッドを取り出し、溶媒が排出され、ホルダーグリッドは浸透段階のための新たな容器に移される。使用済みの溶媒は無水のものであり、後の使用のため回収される。水で飽和になった分子篩はエアレーションおよび加熱により再生される。

浸透段階のための新たな容器は存在するかも知れない残留水を捕捉するための分子篩の層を有する。この分子篩の好みしい孔径は前述のように4オングストロームである。これにより、全段階において、脱水ができるだけ完全となるようになる。

ついで、この容器は花の構造により定められる比の無水溶媒およびPEGの混合物で満たされる。これらの溶媒は置換物質の導入を促進させる。

PEGを固体で用いることができないため、細胞内での置換を促進するため、脱水で用いられたものと同様の無水有機溶媒であらかじめ溶解させる必要がある。

これらの溶媒の選択基準は、主にPEGを溶解する能力、細胞への浸透能力、細胞壁を構成するセルロース物質に対する無害性、水との混和性、最大蒸発性により判断される。

セロソルブ、またはモノメチレンゲリコールモノメチルエーテルをアセトンと、50/50ないし70/30の割合で混合したもののが好みしい。

PEGの選択に関し、最終構造状態にとって適当な分子量

のものが用いられる。すなわち分子量が大きければ大きいほど、より固いものとなる。分子量が小さすぎると膨れを再生するのに十分な機械的強度が得られない。他方、分子量が大きすぎると花弁が脆くなる。良好な塑性特性のものは、PEG 1000およびPEG 400の混合物を用いることにより得られる。これらの割合は、処理されるべき花の解剖学的構造に依存する。例えば、しゃくやく、マリーゴールドの場合は、バラの場合より大きい割合のPEG 1000を必要とする。

ポリマー混合物100に対し、8-15部のPEG 400、45-70部のPEG 1000の割合で用いられる。溶媒に対するPEGの濃度は、溶媒35-40%に対し60/65%の範囲で変化し得る。

0.5-1部のジエチレンゲリコールを界面活性剤または可塑化溶媒として用いることもできる。

影の作用を持たせるため、混合物に染料を加えてもよい。アクリル樹脂の染色に用いられる酸性染料であって、溶媒に可溶なもので、用いられる物質に良く定着するものを使用し得る。

容器は蒸発を防ぐため気密に密封される。溶波は浸透すべき花の種類により、少なくとも1-2時間ないし24時間、作用させる。浴を50/60℃に加熱することにより、処理速度を3-4倍促進させることができる。

したがって、他の態様として、浸透段階を2段階で行うことができる。濃度を連続的に増大させて作用させる。すなわ

#### 特表平4-505766(4)

ち、最初に50%の濃度のPEGを用い、次に70%の濃度のPEGを用いる。

溶液ポリマー混合物は、脱水段階で導入された細胞内溶媒を次第に置換し、最終的に内部溶媒と外部溶媒との間で、平衡が成立する。この時点で花弁の組織は、PEG400とPEG1000と溶液を含有し、それは花の新鮮時の重さの80%に相当し、残りのものはセルロース性構造物質に相当する。

次に、排水および乾燥段階に入り、溶液の残留部分が除去され、花弁の細胞学的構造を損なったり、変化させることなしに、ポリマーが固体状態を回復する。

この目的のため、浸透された花を備えた花ホルダーグリッドで、好みしくは10オングストロームの孔の新たな分子網上に置かれる。この分子網の結晶構造は $N_{a}g_6(A_{10_2})_{86}(SiO_2)_{106} \times H_2O$ で表すことができる。

この分子網は、水および低分子量の有機溶媒を吸着し、同時に花弁を機械的に支持し、歪みが生じないようにする。

一旦乾燥したとき、花は大気中の僅かな湿気を再び吸収し、これがしなやかさと可塑性を向上させる。

この処理のうち、新鮮時の平均重量の80%が回復する。

もし、10本の平均重量55gの新鮮なバラがあった場合、空気中で乾燥後の平均重量(乾物)が15gとなり、これは乾燥重量27%、水分重量73%を意味する。

乾燥前の浸透後、平均重量は58gとなる。

浸透および乾燥後、平均重量は46gとなる。

組織内の水40gをポリマー31gで置換分が差し引かれる。

処理の後、花弁は引張り強度が新鮮なもの場合と極めて近いものとなる。

折り曲げ抵抗(しなやかさを示し、破壊角度で測定される)も新鮮なものの場合と極めて近いものとなる。新鮮なバラの花弁は180度に近く、浸透させた花弁は170-180度を示す。

本発明の他の処理方法として、乾燥させた天然花(例えば乾燥空気中で脱水させたもの)を用いることもできる。この場合、花の花弁は解剖学的構造を失い、水の大量除去により収縮するため歪みが現れている。

乾燥花に対し当時の容積を回復させるため、乾燥花をグリッドに配設し、これを本発明の前記の第2段階のように容器に導入する。

この容器に前述のように溶液(一般にメチルグリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール)を満たす。

乾燥は花の天然の顔料を著しく損なうため、上記物質との混和性の良好な染料、例えばアクリル繊維用の繊物染料を上記混合物内に導入する。

浴組成物の一例は以下の通りである。

メチルグリコール	6.2%
ジエチレングリコール	5%
ポリエチレングリコール	24%
モノプロピレングリコール	5%

水 4%

染料 1ml / l

この浴を約90℃に加熱する(もし、花がつぼみのときは、これよりやや高め)。浴の高さは花の高さより少なくとも5cm高くする。この花をつぼみの容積、最も開口度が再構築されるまで一定温度で満らしたままとする。

続く工程は上述のとおりである。すなわち、バスケットまたはグリッドを浴から取り出し、排水および乾燥させ、残留する溶液を花から除去する(好みしくは40℃で)。

ポリマー/溶液混合物とともに導入された染料による着色は均一であり、持続性を有する。これは顕微鏡により花組織の細胞が着色PEGにより均一に着色されていることが確認できる。これは浸透による組織内への導入を証明するものである。すなわち、細胞の少なくとも75%が着色物質で浸透されていることが顕微鏡により確認されている。

この方法は天然のいきいきとした白色の花を再現させる漂白花の製造が可能であることを示している。その方法は過酸化水素の1-10%水溶液および0.1-0.5%の酢酸を、浸透の段階で染料なしで添加することからなる。これらの漂白剤は浸透工程の終りに導入し、花を洗浄したまま2-3時間放置する。ついで10%の過酸化水素を含むアセトンですぐだのち、乾燥工程に入る。

国際検査報告		
International Application No.PCT/BE 90/00051		
I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER In several classification systems below, indicate all that apply.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
Int.Cl. 5 A 01 N 3/00		
II. FIELDS SEARCHED		
Machine Document Searcher		
Classification System		
Int.Cl. 5 A 01 N		
Documentation received after this International Application is included in the Funds Deposited.		
III. DOCUMENTS RECEIVED UP TO 35 ILLUSTRATION		
Category Cross Reference to the International Classification, or the National Equivalent		
X	Japanese Patents Gazette, section CR, week 009, 11 April 1979, Darwent Publications Ltd., (London, GB), see G class, page 16, No. 17109B/09 (JP, A, 54010033 (YOKOTA) 25 January 1979)	1, 2, 4, 7
X	US, A, 4828890 (G.T.TIEDEMAN et al.) 3 May 1989, see column 1, lines 14-23; claims (cited in the application)	1, 2, 4
A	Patent abstracts of Japan, Vol. 11, No. 300 (C-449) (2747), 27 September 1987, (JP, A, 6295133 (FUJI DEBUISON KAKAKU K.K.) 1st May 1987 see the abstract)	8-13, 21-23
Detailed description of each document:		
*A document defining the general state of the art which is not essential to the present invention and which is not directly relied upon or which is not considered to be of particular relevance to the present invention.		
**A document which has some bearing on the present invention and which is relied upon as evidence of the general knowledge which may be considered to be of particular relevance to the present invention.		
***A document which has some bearing on the present invention and which is relied upon as evidence of the general knowledge which may be considered to be of particular relevance to the present invention.		
****A document which has some bearing on the present invention and which is relied upon as evidence of the general knowledge which may be considered to be of particular relevance to the present invention.		
*****A document which has some bearing on the present invention and which is relied upon as evidence of the general knowledge which may be considered to be of particular relevance to the present invention.		
*****A document which has some bearing on the present invention and which is relied upon as evidence of the general knowledge which may be considered to be of particular relevance to the present invention.		
*****A document which has some bearing on the present invention and which is relied upon as evidence of the general knowledge which may be considered to be of particular relevance to the present invention.		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search 30 November 1990 (30.11.90)		
Date of Receipt of the International Search Report 24 January 1991 (24.01.91)		
International Searching Authority		
EUROPEAN PATENT OFFICE		

PCT/ISA (15) (second sheet) (January 1991)

特表平4-505766(5)

国際調査報告

BE 9000058  
SA 39841

This document lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.  
The members are as contained in the European Patent Office EPO file on 1/1/1984.  
For European Patent Office & its subsidiary offices which are Party given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Parent family members		Publication date
US-A- 4828890	09-05-89	AU-A-	3242189	19-10-89
		EP-A-	0138459	25-10-89
		JP-A-	1371002	15-12-89

For more details about this search see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/83